

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ดังตารางที่ 3.1-3.3

ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการทดลอง

ลำดับ	อุปกรณ์
1.	โกร่งบดสารและทีบดสาร (Agate mortar and pestle)
2.	กระดาษชั่งสาร (Weighing paper)
3.	ถุงมือป้องกันสารเคมี (Chemical resistant gloves)
4.	ตะแกรงร่อนคัดขนาด (Sieve) 325 เมช
5.	แท่งแก้วคนสาร (Glass rod)
6.	บีกเกอร์ (Beaker) 50, 100, 250 และ 500 มิลลิลิตร
7.	กระบอกตวง (Cylinder)
8.	ถ้วยหลอมอลูมินา (Alumina crucible)
9.	ถ้วยหลอมเซอร์โคเนีย (Zirconia crucible)
10.	หน้ากากอนามัย (Disposable mask)
11.	หลอดหยดสาร (Dropper)
12.	ถุงซิปล็อก (Ziplock bag)
13.	อะลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminum foil)
14.	ช้อนตักสารสแตนเลส (Spatula stainless)
15.	แม่เหล็ก (Magnet)
16.	ถังสแตนเลส (Stainless steel tank)
17.	ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)
18.	เครื่องวัดความชื้นสัมพัทธ์ (Relative humidity meter)
19.	ตู้สำหรับการทดสอบวัดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานเมื่อวัสดุดูดซับแก๊ส
20.	โมลอะลูมิเนียมสำหรับอัดขึ้นรูปชิ้นงาน

ตารางที่ 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

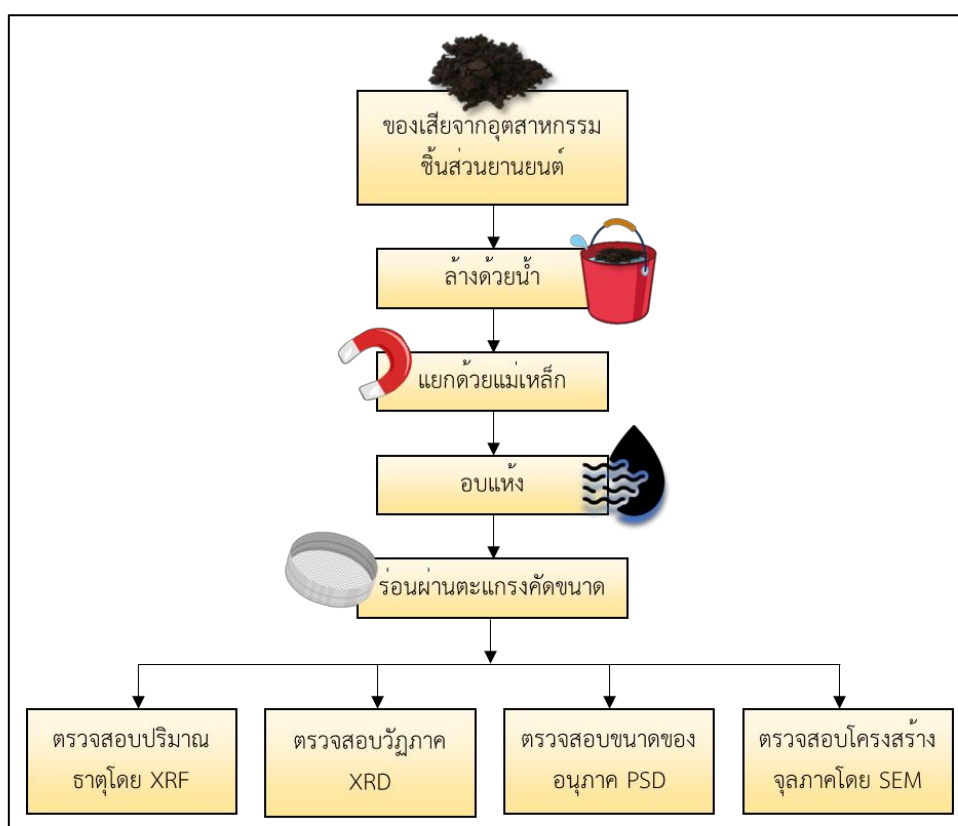
ลำดับ	เครื่องมือ	รุ่น	ผู้ผลิต
1.	เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD)	D2 Phaser	Bruker
2.	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	JSM-6010LV	JEOL
3.	เครื่องวัดขนาดและการกระจายตัวของตัวอย่าง (Particle size distribution; PSD)	LA-950V2	Horiba
4.	เครื่องวัดการเรืองแสงของรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence; XRF)	XGT-5200WR	Horiba
5.	เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและสมบัติทางความร้อน (Simultaneous thermal analysis; STA)	TGA/DSC1	Mettler Toledo
6.	เตาเผาไฟฟ้า (Furnace)	GmbH	Nabertherm
7.	เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง (Analytical balance)	BSA224S-CW	sartorius
8.	ตู้อบลมร้อน (Hot air oven)	PXR-9	WTS binder
9.	เครื่องเขย่าแบบตะแกรง (Sieve shaker)	BA200N	CISA
10.	เครื่องขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง (Dry press)	2702	Carver
11.	เครื่องบดผสมสารแบบบอลมิลล์ (Ball mill)	-	-
12.	เวอร์เนียคาลิเปอร์ (Vernier caliper)	CD-20CPX	Mizutoyo
13.	เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply)	E3620A	Agilent
14.	เครื่องกวนสารชนิดให้ความร้อน (Hot plate stirrer)	C-MAG HS 7	IKA
15.	เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)	-	-
16.	เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิคบีอีที (Brunauer-Emmett-Teller method, BET)	3Flex	Micromeritics

ตารางที่ 3.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	สารเคมี	สูตรเคมี	ความบริสุทธิ์	ผู้ผลิต
1.	Iron	Fe	-	-
2.	Iron (III) oxide	Fe ₂ O ₃	-	จากการปรับสูตรเคมีของเสีย
3.	Iron (III) oxide	Fe ₂ O ₃	98.0%	Ajax Finechem
4.	Lanthanum (III) oxide	La ₂ O ₃	98.0%	Ajax Finechem
5.	Ethanol	C ₂ H ₅ OH	95.0%	Liquor
6.	Polyvinyl alcohol	(C ₂ H ₄ O) _n	98-99%	Loba
7.	Deionized water	H ₂ O	-	-
8.	เชื้อเพลิงธรรมชาติ	-	-	-

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 การจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์



รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

การจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์มีขั้นตอนดังรูปที่ 3.1 โดยเริ่มจากนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ใส่ลงในน้ำสะอาด จากนั้นใช้แม่เหล็กห่อด้วยถุงพลาสติกกวนในน้ำ เพื่อดูดเหล็กออกจากสิ่งเจือปน และนำเหล็กที่ดูดด้วยแม่เหล็กย้ายมาใส่ลงในน้ำสะอาด แล้วใช้แม่เหล็กห่อด้วยถุงพลาสติกกวนในน้ำเพื่อดูดผงเหล็กออกซ้ำอีกครั้ง ทำเช่นนี้ซ้ำจนครบ 5 รอบ แล้วจึงนำเหล็กที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 325 เมช

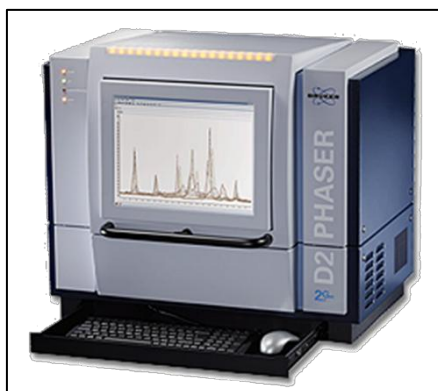
วิเคราะห์หาชนิดและปริมาณธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive Spectrometer X-ray Fluorescence; ED-XRF) แสดงดังรูปที่ 3.2 โดยใช้โปรแกรม XGT 5200 Series เริ่มจากการอุ่นเครื่องก่อนประมาณ 30 นาที ตักสารตัวอย่างใส่ลงบนที่รองรับ ใช้กระจกกดลงบนตัวอย่างให้ผิวหน้าเรียบ ก่อนนำตัวอย่างเข้าเครื่อง เลือกบริเวณที่ต้องการวิเคราะห์แล้วให้เครื่องเริ่มทำงาน ใช้เวลาในการวิเคราะห์ 100 วินาที ณ อุณหภูมิห้อง ที่บรรยากาศปกติ ควบคุมสภาวะการทดลองด้วย X-ray tube Voltage 50 kV และกระแสไฟ 1.0 mA เมื่อเครื่องทำงานเสร็จสิ้น นำผลที่วิเคราะห์ได้ไปเปรียบเทียบกับค่าสเปกตรัมเพื่อหาธาตุและปริมาณธาตุของตัวอย่าง



รูปที่ 3.2 เครื่อง X-ray fluorescence ผู้ผลิต Horiba รุ่น XGT-5200WR
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=2006)

ตรวจสอบวัฏภาคของสารประกอบโดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffusion; XRD) แสดงดังรูปที่ 3.3 นำผงตัวอย่างใส่ในภาชนะสำหรับใส่ตัวอย่าง จากนั้นใช้กระจกกดให้ผิวหน้าเรียบเสมอขอบที่ใส่ตัวอย่าง แล้วจึงนำเข้าสู่กระบวนการทดสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ ทำการวิเคราะห์โดยใช้โปรแกรม DIFFRAC.SUITE ณ อุณหภูมิห้อง ภายใต้สุญญากาศ ใช้รังสี Cu-K α โดยทำการวิเคราะห์ที่มุม 2θ เท่ากับ $10-80^\circ$ โดยวัดทุก ๆ 0.02° อัตราการแซ่รังสีในแต่ละ

ลำดับเท่ากับ 0.2 วินาที จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบลักษณะพีคและค่า Intensity โดยใช้โปรแกรม DIFFRAC.EVA เพื่อวิเคราะห์หาวัฏภาคของตัวอย่าง



รูปที่ 3.3 เครื่อง X-Ray Diffusion ผู้ผลิต Bruker รุ่น D2 Phaser
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=2038)

ตรวจสอบขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง เครื่องวัดขนาดและการกระจายตัวของตัวอย่าง (Particle size distribution; PSD) แสดงดังรูปที่ 3.4 เนื่องจากวัสดุแต่ละชนิดมีค่า Refractive index ที่แตกต่างกัน สำหรับ Fe ตั้งค่า Refractive index เท่ากับ 2.860 และตั้งค่าสำหรับน้ำกลั่นที่ใช้ในการทดสอบเท่ากับ 1.333 เมื่อเริ่มทำการตรวจสอบเครื่องจะฉีดน้ำหมุนเวียนในอ่างทดสอบ จากนั้นค่อย ๆ ตักตัวอย่างลงใสในอ่างทดสอบทีละน้อย จนค่าการส่องผ่านที่แสดงบนหน้าจอคอมพิวเตอร์อยู่ในช่วงประมาณ 85% แล้วจึงเลือกคำสั่งให้เครื่องทำการวัดขนาดอนุภาค



รูปที่ 3.4 เครื่อง Particlesize distribution ผู้ผลิต Horiba รุ่น LA-950V2
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=3008)

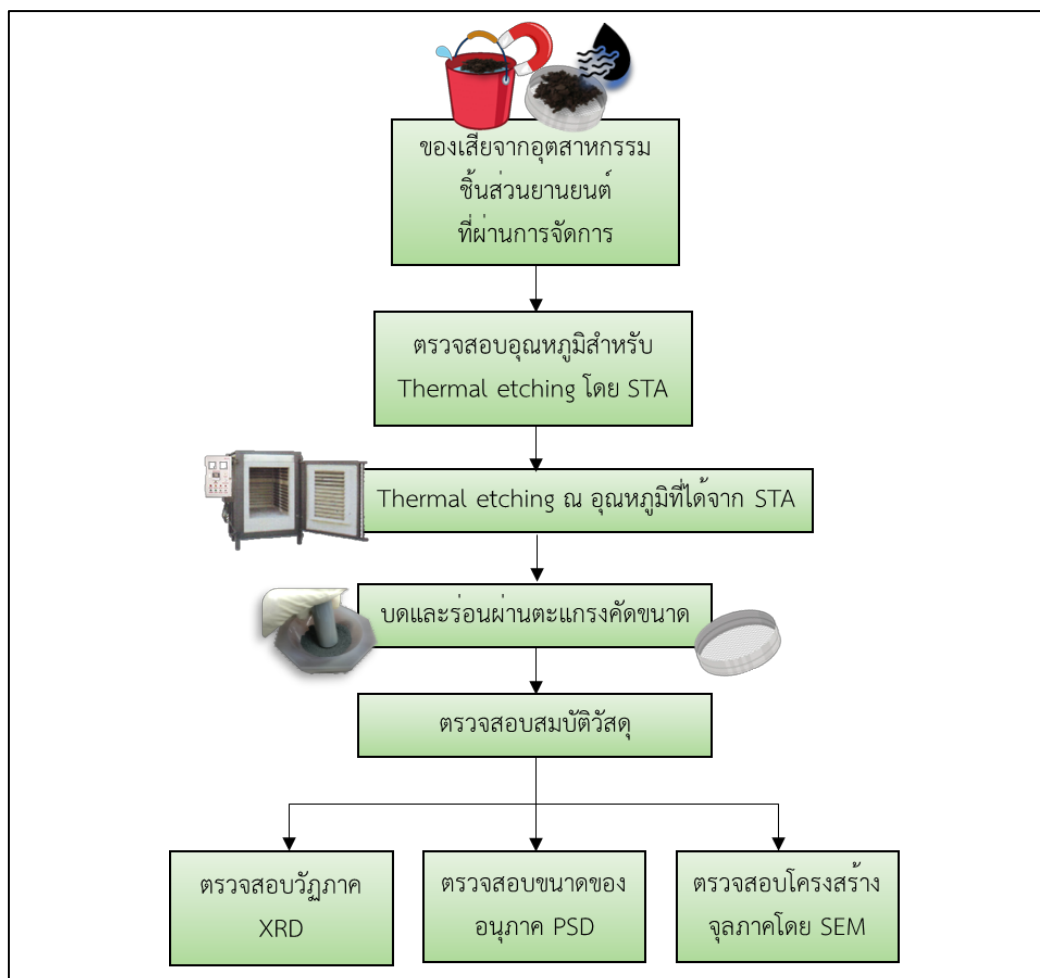
ศึกษาขนาดและลักษณะโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) แสดงดังรูปที่ 3.5 อบผงตัวอย่างให้แห้ง แล้วเตรียมตัวอย่างโดยการแปะกาวสองหน้าคาร์บอนบนแท่นวางตัวอย่าง จากนั้นโรยผงตัวอย่างใส่บนกาวสองหน้าคาร์บอน แล้วกดให้ผงตัวอย่างติดกับกาวสองหน้าคาร์บอน ใช้อุปกรณ์เป่าเพื่อเป่าผงส่วนเกินออก แล้วนำเข้าเครื่อง SEM โดยทำการทดสอบในสภาวะสุญญากาศ เลือกตำแหน่งที่ต้องการตรวจสอบ ตั้งค่ากำลังขยายและบันทึกภาพ



รูปที่ 3.5 เครื่อง Scanning Electron Microscope ผู้ผลิต JEOL รุ่น JCM-5000
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=1004)

3.2.2 การเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อน

การเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อน มีขั้นตอนดังรูปที่ 3.6 หลังจากผ่านการบวกรจัดการของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์แล้ว นำเหล็กที่ได้มาตรวจสอบช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ให้เป็นวัสดุภาคเดียวของ Fe_2O_3 โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและสมบัติทางความร้อน (Simultaneous Thermal Analysis; STA) แสดงดังรูปที่ 3.7 เริ่มดำเนินการสอบเทียบเครื่องมือ (Calibration) เพื่อวิเคราะห์เส้นมาตรฐาน ก่อนที่จะนำสารมาตรฐาน (ผงอะลูมินา) ใส่ในถ้วยซึ่งทำจากอะลูมินา และเตรียมถ้วยอีกใบในลักษณะเดียวกันสำหรับใส่สารตัวอย่าง เมื่อตัวอย่างและสารมาตรฐานถูกจัดเตรียมเรียบร้อยแล้ว ให้นำทั้งสองถ้วยวางบนแท่นวางตัวอย่าง แล้วดำเนินการทดสอบช่วงอุณหภูมิ 30-1000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊ส Air Zero โดยใช้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และใช้อัตราการไหลของอากาศ 20 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อน

เมื่อทราบช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการทำ Thermal etching แล้ว นำตัวอย่างไปเผาตามช่วงอุณหภูมิที่ได้จากเครื่อง STA แล้ววิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคหลังจากที่นำไปเผา ณ อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เครื่อง XRD พร้อมทั้งนำไปตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายตัวด้วยเครื่อง PSD โดยใช้ค่า Refractive index ของ Fe_2O_3 เท่ากับ 3.010 รวมไปถึงการศึกษาขนาดอนุภาคและลักษณะทางกายภาพหลังจากผ่านขั้นตอนการเปลี่ยนสูตรเคมีของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อนโดยใช้เครื่อง SEM ซึ่งจะถูกนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ต่อไป



รูปที่ 3.7 เครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (TGA/DSC)

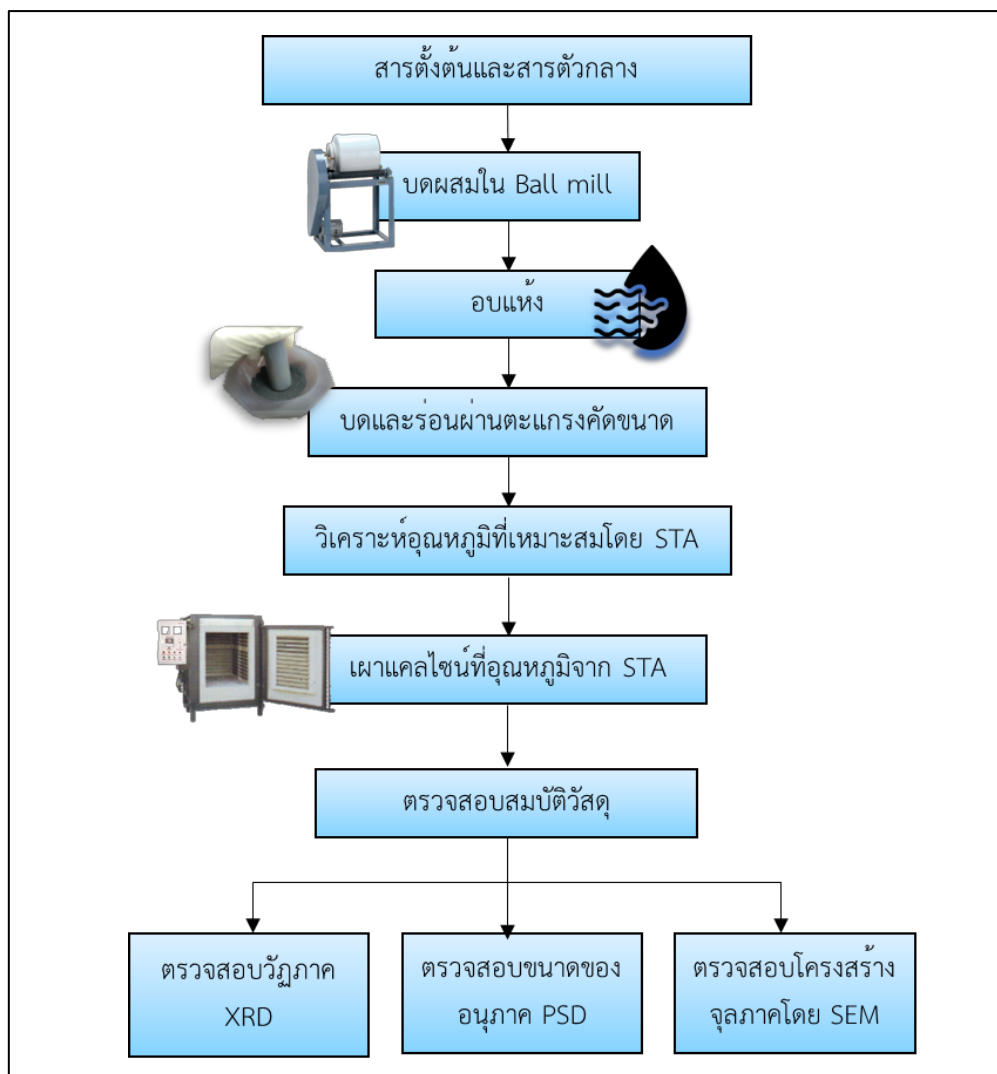
ผู้ผลิต Mettler Toledo รุ่น TGA/DSC1

(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=3011)

3.2.3 การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสีย

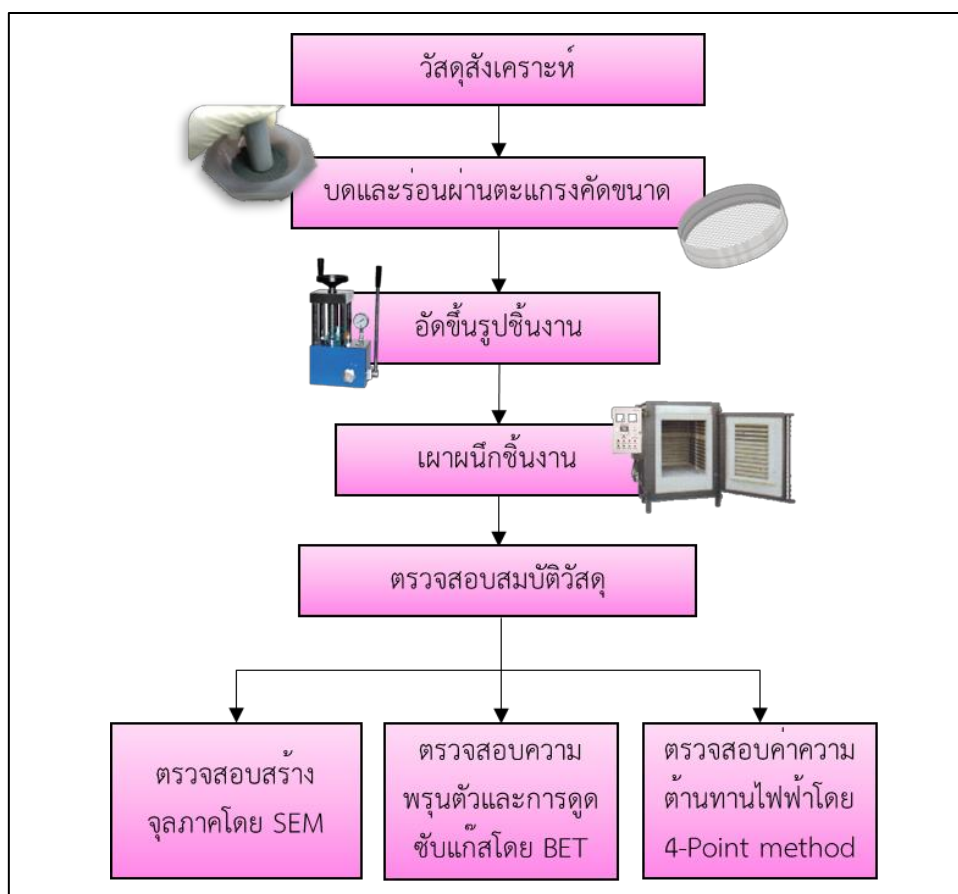
อุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

สำหรับขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยวิธีการบดผสมเชิงกล (Solid state reaction) แสดงดังรูปที่ 3.8 โดยนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านกระบวนการจัดการต่าง ๆ และเปลี่ยนสูตรเคมีให้เป็น Fe_2O_3 ด้วยความร้อนมาเป็นสารตั้งต้น ผสมตามหลักการคำนวณทางเคมี ในอัตราส่วน 0.5 โมล บดผสมกับ La_2O_3 0.5 โมล (สำหรับสูตรที่ใช้ Fe-waste ใช้อัตราส่วน Fe 1 โมล ต่อ La_2O_3 0.5 โมล) โดยใช้เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) เป็นตัวกลางบดในหม้อบดเป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 325 เมช เพื่อให้ทราบอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์ให้สารตั้งต้นเปลี่ยนวัฏภาคเป็น $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางของน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อนและการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนของวัสดุ ด้วยเครื่อง STA ในช่วงอุณหภูมิ 30-1000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊ส Air Zero เมื่อทราบช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการแคลไซน์แล้ว นำตัวอย่างไปเผาตามช่วงอุณหภูมิที่ได้จากเครื่อง STA จากนั้นนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคหลังจากทำการแคลไซน์แล้ว โดยใช้เครื่อง XRD พร้อมทั้งนำไปตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายตัวด้วยเครื่อง PSD โดยใช้ค่า Refractive index ของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ เท่ากับ 3.040 ควบคู่ไปกับการศึกษาขนาดอนุภาคและลักษณะทางกายภาพของวัสดุสังเคราะห์โดยใช้เครื่อง SEM



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm 6}$

3.2.4 การตรวจสอบสมบัติวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$



รูปที่ 3.9 ขั้นตอนตรวจสอบสมบัติวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$

จากรูปที่ 3.9 เมื่อสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้แล้ว นำมาบดและร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 325 เมช จากนั้นชั่งน้ำหนัก $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ปริมาณ 3.0 กรัม แล้วเติมสารช่วยประสานชนิดโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA) ความเข้มข้น 5% ปริมาณ 1.5 กรัม ผสมให้เข้ากันก่อนที่จะนำบรรจุลงในแม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปชิ้นงานแบบแท่งรูปทรงแท่งสี่เหลี่ยม ขนาดกว้าง 7 มิลลิเมตร ยาว 32 มิลลิเมตร หนา 4 มิลลิเมตร โดยใช้แรงดัน 2 MPa อัดเข้าไว้เป็นเวลา 30 วินาที ก่อนที่จะนำไปเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เผาแช่ 2 ชั่วโมง และทำการตรวจสอบสมบัติสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุตรวจจับแก๊ส

ศึกษาลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาคของวัสดุด้วยเครื่อง SEM และวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ รวมไปถึงขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิคบีอีที (Brunauer-Emmett-Teller method, BET) แสดงดังรูปที่ 3.10 โดยการเตรียมตัวอย่างให้มีขนาดเล็กกว่า 8 มิลลิเมตร โดยน้ำหนักตัวอย่างต้องมากกว่า 0.3 กรัม จากนั้นทำการไล่อากาศและความชื้น (Degassing) ออกจาก

ขึ้นงานโดยใช้อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วจึงเริ่มทำการวิเคราะห์โดยใช้แก๊ส N_2 จนกว่าจะเสร็จสิ้นการทำงาน (ระยะเวลารวมขั้นตอนการ Degassing ประมาณ 24 ชั่วโมง แล้วแต่ลักษณะตัวอย่าง) นำผลการตรวจสอบที่ได้ไปทำการวิเคราะห์ผล โดยใช้โปรแกรมช่วยวิเคราะห์ Flex เพื่อรายงานผลการทดสอบ



รูปที่ 3.10 Brunauer-Emmett-Teller method ผู้ผลิต Micromeritics รุ่น 3Flex
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=3002)

การประยุกต์ใช้เป็นวัสดุสำหรับเซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส โดยใช้วิธีการ 4-Point method เพื่อวัดค่าการเปลี่ยนแปลงสภาพต้านทานไฟฟ้า โดยเตรียมอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.11 การเตรียมตัวอย่างต้องวัดขนาดชิ้นงาน รวมถึงระยะห่างของ probe ทั้ง 4 probe และต่อวงจรดังรูปที่ 3.12 เริ่มต้นจากการเปิดเครื่อง Hot plate ให้ความร้อนแก่ตัวอย่าง จนกระทั่งได้อุณหภูมิที่ต้องการและอุณหภูมิคงที่ เปิดเครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงให้แรงดัน 10 V แล้วจึงเปิดเทอร์มิสเตอร์สำหรับวัดค่าความต้านทาน และค่าแรงดันตกคร่อม รอจนกว่าค่าที่ได้เริ่มคงที่และบันทึกค่าความต้านทานเริ่มต้น จากนั้นเริ่มปล่อยแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงในอัตราส่วนฟางข้าว 100 กรัมต่อพื้นที่ขนาดกล่องทดลอง 0.1 ลูกบาศก์เมตร เริ่มทำการจับเวลาเมื่อปล่อยแก๊สเข้ากล่องทดลอง และบันทึกค่าความต้านทานไฟฟ้าทุก ๆ 1 นาที จนกระทั่งค่าความต้านทานไฟฟ้าเริ่มคงที่อย่างน้อย 3 นาที หรือจนกว่าค่าความต้านทานไฟฟ้าเริ่มกลับไปค่าเริ่มต้น นำผลที่ได้ไปคำนวณหาสภาพต้านทานไฟฟ้าและเปรียบเทียบความต้านทานไฟฟ้าก่อนและหลังปล่อยแก๊สเข้ากล่องทดลอง



รูปที่ 3.11 อุปกรณ์สำหรับวัดค่าการเปลี่ยนแปลงสภาพต้านทานไฟฟ้า โดยวิธีการ 4-Point method



รูปที่ 3.12 ส่วนประกอบและการต่อวงจรไฟฟ้า เพื่อใช้วัดประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊ส โดยเทคนิค 4-point method